

CoPtCr 系垂直磁気記録媒体における非磁性粒界の 形成過程ならびに反転磁界の制御に関する研究

著者	板垣 憲和
号	52
学位授与番号	3944
URL	http://hdl.handle.net/10097/37660

氏 名	いた がき のり かず 板 垣 憲 和
授 与 学 位	博士 (工学)
学位授与年月日	平成 20 年 3 月 25 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 4 条第 1 項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 電子工学専攻
学 位 論 文 題 目	CoPtCr 系垂直磁気記録媒体における非磁性粒界の形成過程なら びに反転磁界の制御に関する研究
指 導 教 員	東北大学教授 高橋 研
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 高橋 研 東北大学教授 佐橋 政司 東北大学教授 村岡 裕明 東北大学教授 杉本 諭 東北大学准教授 齊藤 伸

論 文 内 容 要 旨

第1章 序論

本章では、ハードディスクドライブに用いる垂直磁気記録媒体の高記録密度化における研究経緯と課題を基にして、本研究の研究展開について概説している。

磁気記録媒体の記録密度は記録層のビット長およびトラック幅により決まり、これまでは主としてビット長の低減により記録密度の増大が成されてきた。しかし、近年の媒体のビット長は結晶粒子 2, 3 個相当と物理的な限界近くまで達しており、トラック幅を大幅に低減する手法も要求されている。そのため、粒子間の磁氣的結合の抑制ならびに記録媒体の反転磁界の印加磁界角度依存性の改善を、熱安定性を維持しつつ実現しなければならない。

そこで本研究では、高い結晶磁気異方性エネルギー- K_u を有し熱安定性の高い磁性結晶粒を磁氣的孤立化するためには、粒界中に含まれる Co の非磁性化、ならびに成長初期部における磁性結晶粒の結合抑制が肝要と考え、その手法を提案した。また新たな反転磁界の制御法として、磁性結晶粒中に磁気モーメントの変調構造を導入した交換結合型積層媒体を提案した。

第2章 実験方法

本章では、本研究で用いた積層薄膜の成膜方法ならびに熱処理方法、構造解析、磁気特性の測定法およびその解析法に関して記述している。

第3章 Cr 偏析媒体における元素拡散機構と磁氣的孤立性との関係

本章では、成膜後加熱により Cr 偏析記録層の粒界へ隣接層から非磁性元素を熱拡散させる磁氣的孤立化媒体の作製法を提案している。Co との結合力が強い非磁性元素 X を適用すると、反応拡散による非磁性 CoX 化合物層の形成、ならびに粒界拡散による粒界の非磁性化が起こることを明らかにした。ここで、CoX 反応相の融点が高いほど反応層厚が薄くなる傾向が見られた。これは、融点が高いほど CoX 金属間化合物が安定なため、反応拡散が抑制されることを示してい

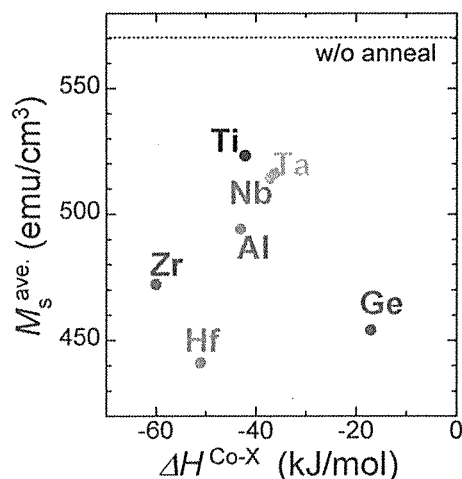


Fig.1 種々の元素Xのキャップ層を有する X/ Co₆₈Pt₁₆Cr₁₆/ Ru/ Ti/ glass 積層膜における Co-X 間の標準生成エンタルピー ($\Delta H_{\text{for Co-X}}$)に対する M_s^{ave} の依存性

る。一方、粒界の非磁性化機構を検討するために、Fig.1 には X/ Co₆₈Pt₁₆Cr₁₆/ Ru/ Ti/ glass 積層膜の磁性層の平均飽和磁化(M_s^{ave})の Co-X 間の標準生成エンタルピー(ΔH_{for}^{Co-X})依存性を示す。Co への固溶率が 17%と高い Ge を用いた場合を除けば、 ΔH_{for}^{Co-X} が低いほど M_s^{ave} が低くなる傾向が見られる。 M_s^{ave} の低減は粒界の非磁性化により起こっていると考えられるため、Co-X の結合を作りやすいほど粒界へ拡散した X 原子が粒界中の強磁性 Co と結合して非磁性化し易いことが分かる。以上の拡散機構の解析結果を基に、非磁性元素 X の選定指針として、反応層厚を 2 nm 以下に抑制するためには CoX 反応相の融点が 1400 °C 以上であること、粒界拡散促進のためには Co と X との結合の標準生成エンタルピーが -50 kJ/mol 以下であることを見出した。これらの知見を元に反応層厚が 1 nm 以下に抑制された加熱後の Hf(0.5 nm)/ CoPtCr(10 nm)積層膜において、磁化曲線の保磁力近傍の傾き α が 1.7 と磁氣的孤立化時の理論値 1.5 とほぼ同一な媒体を実現した。

第4章 酸化物添加媒体の磁氣的孤立化のための非磁性中間層の構造制御

本章では、酸化物添加媒体における成長初期部での結合抑制のための中間層の構造制御法を提案している。Ru 中間層の粒径微細化のためには、Ru の濡れ性が低い材料を Ru 中間層下のシード層 X として適用すべきと考え、種々の X を検討した。Fig.2 に Ru/ X/ Under/ glass 積層膜における、X 層上の Ru の拡張係数、($S_{Ru\ on\ X}$)ならびに格子不整合性 ($Misfit_{Ru\ on\ X}$)に対する Ru 粒径の変化を示す。ここで、 $S_{Ru\ on\ X}$ は値が低いほど Ru が X 上に濡れ困難であることに対応する。これより、Ru 層の c 軸高配向化と粒径微細化には低表面エネルギーである大粒径 Mg 層が有効であることを見出した。さらにその上部に Ru-SiO₂ 層を導入し CoPtCr-SiO₂ 記録層の成長初期部での結晶粒の結合を抑制する材料指針を提案した。この設計に基づいて作製した Ru₉₃-(SiO₂)₇/ Ru/ Mg/ Ta/ glass 中間層における Ru-SiO₂ 層の平面 TEM 明視野像を Fig.3 に示す。粒度分布を解析すると、サブグレインおよびクラスタの平均直径はそれぞれ 4.9 nm , 5.8nm となり、6.5nm 以下のクラスタサイズを実現できた。この酸化物添加中間層上に SiO₂ 体積比を調整した記録層を成膜することで、1 結晶粒毎に完全孤立化した組織の形成が可能であると考えられる。

第5章 負の一軸結晶磁気異方性層を用いた交換結合型媒体における磁化反転の制御

本章では、正および負の一軸結晶磁気異方性エネルギーを有する材料の積層により磁化反転機構を変化させた p-/n- K_u 交換結合型媒体を提案している。はじめに、p-/n- K_u 交換結合型の積層コラムに Landau-Lifshitz-Gilbert 方程式を適用したシミュレーションにて、熱安定性と反転磁界の角度依存性を評価した。Fig.4 には p- K_u 層膜厚 (d_p)、p- K_u 層、n- K_u 層の K_u を種々に変化させた場合の磁化容易軸方向における反転磁界 ($H_{sw}(\theta=0^\circ)$) と反転磁界差分 (ΔH_{sw}) に対する熱安定性 ($\Delta E/k_B T$) の等値線を示す。ここで ΔH_{sw} は、 θ を変化させた場合の $H_{sw}(\theta)$ の最小値と $H_{sw}(\theta=0^\circ)$ との差分であり、この値

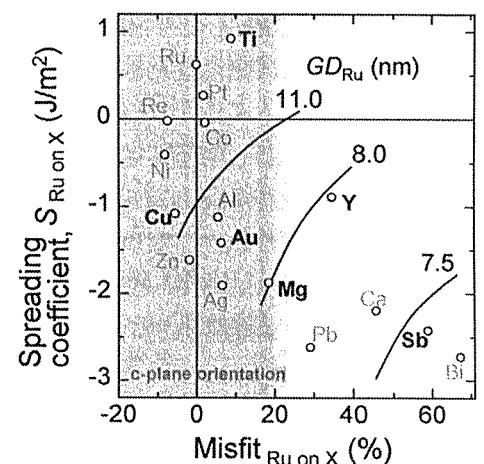


Fig.2 種々のシード層 X を用いた Ru/ X/ Under/ glass 積層膜における、X 層上の Ru の拡張係数 ($S_{Ru\ on\ X}$)ならびに格子不整合性($Misfit_{Ru\ on\ X}$)に対する Ru 粒径($GDRu$)の変化

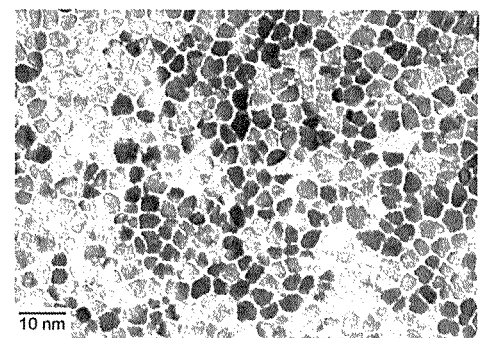


Fig.3 Ru₉₃-(SiO₂)₇/ Ru/ Mg/ Ta/ glass 積層膜における Ru-SiO₂ 層の面内 TEM 明視野像

が低いほど $H_{sw}(\theta)$ の印可磁界角度依存性が低いことを意味する。従来の一斉磁化反転をする Stoner-Wohlfarth 型の磁化反転機構のコラムの場合は波線上の特性のみを実現できる。そのため、磁化容易軸方向の $H_{sw}(\theta)$ を決めると熱安定性は一意に決まる。一方で、交換結合型積層構造によりインコヒーレントな磁化反転を誘起すると波線より ΔH_{sw} が低い領域の媒体特性を導出できる。 $H_{sw}(\theta=0^\circ) = 15$ kOe の線上で $\Delta E/k_b T$ の等値線を見ると、Stoner-Wohlfarth 型の波線よりも ΔH_{sw} を低減していくにしたがい熱安定性が増大していくことが分かる。また同一膜厚の $n-K_u$ コラムを積層する場合は、 $n-K_u$ が負側に大きい積層コラムほど低い ΔH_{sw} と高い $\Delta E/k_b T$ とを示している。以上の計算より、モーメントのねじれ構造は $p-n-K_u$ 交換結合型構造を導入することで誘起することが可能で、高い熱安定性と、低い $H_{sw}(\theta)$ の角度依存性とを両立できることが示された。さらに、Ru-SiO₂ 層を $p-K_u$ 層と $p-n-K_u$ 層との間に挿入し、RKKY 的層間結合を用いて層間結合力を変化させた (CoPtCr-/Ru-/CoIr-)SiO₂ 積層構造により $p-n-K_u$ 交換結合型媒体を作製した。各種反転磁界である核生成磁界 (H_n)、残留保磁力 (H_{cr})、飽和磁界 (H_s) は Fig.5 に示すように Ru-SiO₂ 層膜厚に対し振動的に変化しており、直接もしくは間接交換結合によってインコヒーレントな磁化反転が発現することを実証した。Fig.6 には種々の層構成を有する $p-n-K_u$ 交換結合型媒体における残留保磁力差 (ΔH_{cr}) と磁化容易軸方向の残留保磁力 ($H_{cr}(\theta=0)$) との相関を示す。いずれの媒体構成においても、 $H_{cr}(\theta=0)$ の低減にともない ΔH_{cr} が低減している。ただし、種々の構成の媒体を比較すると、RKKY 的層間結合を利用した媒体では、 $H_{cr}(\theta=0)$ を 5 kOe 程度に保持しつつ低い ΔH_{cr} を実現できることが分かった。

第6章 結論

本章では、本研究で得られた結論を総括している。

記録層の磁性粒間の交換結合を低減するためには、Cr 偏析型記録層に対する後加熱により Co との結合力が高い元素を粒界へ拡散させて、粒界中 Co 原子を非磁性化することが有効である。また、酸化物添加媒体においては、低表面エネルギーを有する大粒径 M シード層により上部の Ru 層の c 軸高配向化と粒径微細化が、Ru-SiO₂ 中間層により CoPtCr-SiO₂ 記録層の成長初期部での結晶粒の交換結合の抑制がそれぞれ実現できることを見出した。記録層の反転磁界の制御のために $p-n-K_u$ 交換結合型媒体を提言し、 $p-K_u$ 層に高 K_u 材料を用いることにより、容易軸方向に同一の反転磁界を有する一斉磁化反転媒体よりも高い熱安定性をもつことを LLG 計算により示した。さらに (CoPtCr-/Ru-/CoIr-)SiO₂ の積層により実際に $p-n-K_u$ 交換結合型媒体を作製し、直接もしくは間接交換結合によって上記効果が発現することを実証した。

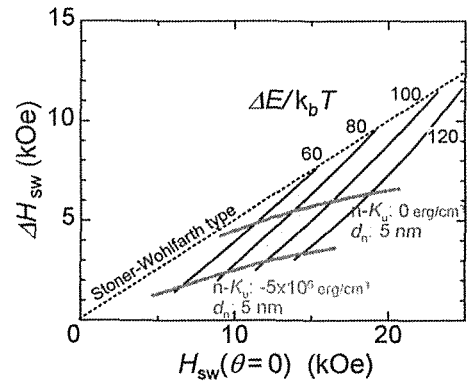


Fig.4 $p-n-K_u$ 積層コラムの磁化容易軸方向における反転磁界 ($H_{sw}(\theta=0)$) と反転磁界差分 (ΔH_{sw}) に対する熱安定性 ($\Delta E/k_b T$) の変化

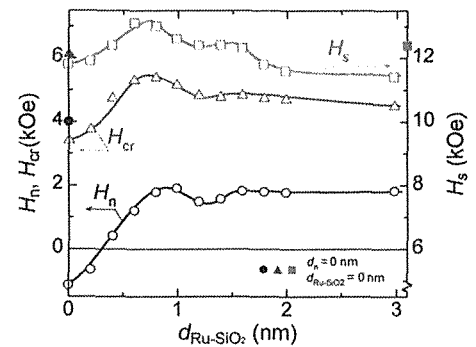


Fig.5 (Co₇₄Pt₁₆Cr₁₀)₉₂·(SiO₂)₈/Ru₉₃·(SiO₂)₇/ (Co₈₆Ir₁₄)₉₂·(SiO₂)₈/Ru/Pt/Ta/glass 積層膜における H_n , H_c , H_s の Ru-SiO₂ 膜厚 (d_{Ru-SiO_2}) 依存性

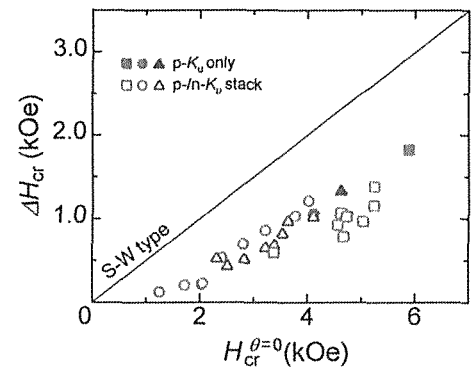


Fig.6 種々の層構成を有する $p-n-K_u$ 積層膜における ΔH_{cr} と $H_{cr}(\theta=0)$ との相関

論文審査結果の要旨

垂直磁気記録の高記録密度化のためにはトラック密度の向上が急務であり、記録媒体の反転磁界の印加磁界角度依存性の改善ならびに粒子間の磁氣的結合の抑制が求められる。著者は磁性結晶粒の磁氣的孤立化のために、粒界中に含まれる Co の非磁性化，ならびに成長初期部における磁性結晶粒の結合抑制が肝要と考え、その手法を提案した。また新たな反転磁界の制御法として、磁性結晶粒中の磁気モーメントの変調構造を導入した交換結合型積層媒体を提案した。本論文はその研究成果をまとめたもので、全文 6 章よりなる。

第 1 章は序論であり、本研究の背景および目的を述べている。

第 2 章では、本研究で用いた試料の作製方法、構造解析法、磁気特性評価法に関して記述している。

第 3 章では、成膜後加熱により Cr 偏析記録層の粒界へ隣接層としての非磁性元素を熱拡散させる磁氣的孤立化媒体の作製法を提案している。拡散機構の解析の結果、非磁性元素 X の選定指針として、反応層厚を 2 nm 以下に抑制するためには B2 型 CoX 反応相の融点が 1400 °C 以上であること、粒界拡散促進のためには Co と X との結合の標準生成エンタルピーが -50 kJ/mol 以下であることを見出した。これらの知見を元に反応層厚が 1 nm 以下に抑制された加熱後の Hf(0.5 nm)/CoPtCr(10 nm)積層膜において、理論値に近い磁氣的孤立性が実現された。これは媒体作製上重要な知見である。

第 4 章では、酸化物添加媒体における成長初期部での結合抑制のための中間層の構造制御法を提案している。低表面エネルギーを有する大粒径 Mg 層を挿入することにより上部の Ru 層の c 軸高配向化と粒径微細化を図り、さらにその上部に Ru-SiO₂ 層を導入し CoPtCr-SiO₂ 記録層の成長初期部での結晶粒の結合を抑制する材料指針を提案した。この設計に基づいた Ru-SiO₂/ Ru/ Mg 中間層において粒径 5.5 nm、配向分散 4.1° の孤立結晶粒の集合組織を実現した。これは現行媒体における実用中間層を開発する上で極めて有用な知見である。

第 5 章では、正および負の一軸結晶磁気異方性エネルギーを有する材料の積層により磁化反転機構を変化させた p-/n- K_u 交換結合型媒体を提案している。p-/n- K_u 交換結合型媒体は反転磁界の印加磁界角度依存性を減少させるのに効果的な手法であり、p- K_u 層に高 K_u 材料を用いることにより、容易軸方向に同一の反転磁界を有する一斉磁化反転媒体よりも高い熱安定性をもつことを LLG 計算により示した。さらに (CoPtCr-/ Ru-/ CoIr-)SiO₂ の積層により実際に p-/n- K_u 交換結合型媒体を作製し、直接もしくは間接交換結合によって上記効果が発現することを実証した。これは、将来の高密度化に向けて媒体設計上きわめて重要な知見である。

第 6 章は結論である。

以上要するに本論文は、垂直磁気記録媒体の高記録密度化を目的として、記録層磁性結晶粒の磁氣的孤立化と磁化反転機構の制御とを実現するための材料およびプロセス設計指針を新規に提案し、かつ実験的に検証したものであり、磁気記録工学及び電子工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。